

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 02020531
PUBLICATION DATE : 24-01-90

APPLICATION DATE : 07-07-88
APPLICATION NUMBER : 63169548

APPLICANT : NITTO DENKO CORP;

INVENTOR : NAGAMI HIROSHI;

INT.CL. : C08J 9/00 B01D 67/00 B01D 71/26 C08J 7/00 C08J 9/36 // B29C 55/28 B29K105:04
B29L 7:00 C08L 23:04 C08L 23:16

TITLE : PREPARATION OF HYDROPHILIC POROUS FILM

ABSTRACT : PURPOSE: To obtain a hydrophilic porous film having excellent air permeability, moisture permeability, bending strength etc., by mixing a linear low-density polyethylene resin, a filler and an olefin termpolymer, forming the mixture into a film, drawing the film and performing a high-frequency sputter etching treatment on the surface of the obtd. porous film.

CONSTITUTION: A resin compsn. comprising a linear low-density polyethylene resin (e.g. ethylene/bytene-1 copolymer), a filler (e.g. calcium carbonate or alumina) and an olefin terpolymer (e.g. ethylene/propylene/dicyclopentadiene terpolymer) as the essential components is formed into a film, which is drawn to form a porous film. The surface of the porous film is treated by high-frequency sputter etching to obtain a hydrophilic porous film, which is suitably used for separative membranes, moisture-controlling sheets etc.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

AI - 002303019

(C) WPI/Derwent

AN - 1990-069616 [10]

A - [001] 014 02& 03- 032 034 040 041 046 047 051 06- 07& 075 08- 09& 10- 15- 18- 19- 20- 229 27& 28& 308 310 32- 435 447 448 466 470 491 494 52& 532 533 535 54& 540 546 575 58& 583 589 595 721

- [002] 014 02& 03- 032 034 040 041 046 047 054 06- 07& 075 08- 09& 10- 15- 18- 19- 20- 229 27& 28& 308 310 32- 435 447 448 466 470 491 494 52& 532 533 535 54& 540 546 575 58& 583 589 595 721 726

- [003] 014 02& 03- 032 034 040 041 046 047 051 054 06- 07& 075 08- 09& 10- 15- 18- 19- 20- 229 28& 308 310 32- 435 447 448 466 470 491 494 52& 532 533 535 54& 540 546 575 58& 583 589 595 721 726

- [004] 014 02& 03- 032 034 040 041 046 047 052 06- 07& 075 08- 09& 10- 15- 18- 19- 20- 229 27& 28& 308 310 32- 435 447 448 466 470 491 494 52& 532 533 535 54& 540 546 575 58& 583 589 595 721

- [005] 014 02& 03- 032 034 040 041 046 047 06- 07& 075 08- 09& 10- 15- 18- 19- 20- 229 27& 28& 308 310 32- 435 447 448 466 470 491 494 52& 532 533 535 54& 540 546 575 58& 583 589 595 721

AP - JP19880169548 19880707

CPY - NITL

DC - A17 A35 A94

DR - 1278-U 1503-U 1520-U 1541-U 1544-U 1694-U 1739-U 1949-U 1966-U 2020-U 5272-U

FS - CPI

IC - B01D67/00 ; B01D71/26 ; B29C55/28 ; B29K105/04 ; B29L7/00 ; C08J7/00 ; C08J9/00 ; C08L23/04

KS - 0009 0037 0060 0066 0069 0072 0183 0205 0206 0218 0226 0229 0234 0235 0241 0242 0257 0258 0264 0292 0293 2211 2218 2449 2483 2489 2500 2513 2514 2536 2585 2653 3151 3250 3256 3319

MC - A04-G01D A04-G06 A08-R01 A09-A A11-B02A A11-C04D A12-S06B

PA - (NITL) NITTO DENKO CORP

PN - JP2020531 A 19900124 DW199010 007pp

PR - JP19880169548 19880707

XA - C1990-030445

XIC - B01D-067/00 ; B01D-071/26 ; B29C-055/28 ; B29K-105/04 ; B29L-007/00 ; C08J-007/00 ; C08J-009/00 ; C08L-023/04

AB - J02020531 A resin film is formed from a resin compsn. which contains linear low density polyethylene resin, filler and olefin terpolymer as essential components. The film is stretched to prepare a porous film and the porous film is subjected to high frequency sputter etching on the surface.

- The linear low density polyethylene resin is a copolymer of ethylene and alpha-olefin e.g. butene, hexene and octene. The filler includes calcium carbonate, talc, clay, kaolin, silica, barium sulphate, aluminium hydroxide, zinc oxide, calcium oxide, titanium oxide, alumina, mica, etc. It has an average particle diameter of less than 30, pref. 0.1 to 10 microns. The olefin terpolymer is a rubbery substance having a number average molecular weight of 30,000 to 800,000. The filler is used in 100 to 300 pts.wt. per 100 pts.wt. of the polyethylene resin.

- ADVANTAGE - The hydrophilic porous film has excellent gas and liquid permeability.(0/0)

IW - PREPARATION HYDROPHILIC POROUS FILM STRETCH RESIN FILM CONTAIN LLDPE RESIN FILL OLEFIN TERPOLYMER SPUTTER ETCH

IKW - PREPARATION HYDROPHILIC POROUS FILM STRETCH RESIN FILM CONTAIN LLDPE RESIN FILL OLEFIN TERPOLYMER SPUTTER ETCH

NC - 001

(C) WPI/Derwent

OPD - 1988-07-07

ORD - 1990-01-24

PAW - (NITL) NITTO DENKO CORP

TI - Prepn of hydrophilic porous film - by stretching resin film contg.
LLDPE resin, filler and olefin terpolymer, sputter etching etc.

XP-002309016

c:\epodata\sealeptogr\caos.10g

(C) FILE CA

STN CA Caesar accession number : 1665

AN - 112:218429 CA

TI - Manufacture of hydrophilic and porous ethylene polymer films

IN - Iimura, Mitsuo; Toshi, Satoru; Ikehara, Kenji; One, Tatsuhiko; Nagami, Hiroshi

PA - Nitto Denko Corp., Japan

SO - Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 7 pp.

CODEN: JKXXAF

DT - Patent

LA - Japanese

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PN	JP2020531	A2	19900124	JP 1988-169548	19880707 <--
PRAI-	JP 1988-169548		19880707		
AB	Films with good gas and moisture permeability, useful for filters or bags, are prepd. by forming compns. of linear LDPE, fillers, and olefin terpolymers into films, drawing, and sputtering with high frequency elec. sources. Kneading LLDPE 100, fatty acid-treated CaCO ₃ 200, and EPT 9720 (EPDM rubber) 40 parts, blowing, drawing, and sputtering with 0.1 W/cm ² for 1 s under 0.1 torr N gave a film with H ₂ O permeability 2.0 mL/cm ² -min vs. 0.2 mL/cm ² -min without the sputter treatment.				

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-20531

⑬ Int. Cl.⁹

C 08 J 9/00
B 01 D 67/00
71/26

識別記号

CES A

庁内整理番号

8927-4F
7824-4D
7824-4D※

⑭ 公開 平成2年(1990)1月24日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 親水化多孔質フィルムの製造方法

⑯ 特 願 昭63-169548

⑰ 出 願 昭63(1988)7月7日

⑱ 発 明 者 飯 村 満 男 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電気工業株式会社内

⑲ 発 明 者 都 司 悟 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電気工業株式会社内

⑳ 発 明 者 池 原 健 治 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電気工業株式会社内

㉑ 出 願 人 日 東 電 工 株 式 会 社 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

㉒ 代 理 人 弁 理 士 澤 喜 代 治

最終頁に続く

明 細 書

1. 発 明 の 名 称

親水化多孔質フィルムの製造方法

2. 特 許 請 求 の 範 囲

(1) 線状低密度ポリエチレン樹脂と充填剤及びオレフィンターポリマーを必須成分とする樹脂組成物により樹脂製フィルムを製造し、次いで、この樹脂製フィルムを延伸して多孔質フィルムを形成し、該多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチング処理することを特徴とする親水化多孔質フィルムの製造方法。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

(a) 産業上の利用分野

本発明は気体や液体の透過性が優れ、品質が安定で物質分離膜や調湿性シート等に好適に用いられる親水化多孔質フィルムの製造方法に関するものである。

(b) 従来の技術

従来、通気性袋、加圧濾過用膜或いは濾過用支持体等に用いられる多孔質フィルムは、以下の方

法で製造されている。

即ち、① ポリオレフィン樹脂に、酸、アルカリ又は水で溶出可能な無機充填剤とHLBが9～15の非イオン界面活性剤を混合し、フィルム状に形成後、延伸し、次いで、上記無機充填剤を上記酸等で溶出して多孔質フィルムを製造するものである(特開昭50-74667号公報)。

② 上記①において、HLBが9～15の非イオン界面活性剤を用いるのに代えてエチレン-酢酸ビニル共重合体を用い、上記①と同様にして多孔質フィルムを製造するものである(特開昭54-43982号公報)。

③ 高密度ポリオレフィン樹脂に充填剤と線状ゴムを配合してなる組成物を溶融成形して得たフィルムを延伸して多孔質フィルムを製造するものである(特開昭57-47334号)。

(c) 発明が解決しようとする課題

しかしながら、上記①及び②のものは、樹脂組成物中に界面活性剤を練り込み、これをフィルム状に成形するものであるが、この成形時に界面

活性剤が分離したり、又、これらの方法で得た多孔質フィルム用い、物質分離等を行う際、界面活性剤が抽出されて特性のバラツキが生じるなどの問題がある。又、これらの方法では保存中や取扱い中に界面活性剤がブリーディングするなどの問題がある。

又、上記④の方法で得た多孔質フィルムは、硬水性であるため透水し難く、例えば水溶液中の固体等を分離する場合、所望の分離効果がえられないなどの問題がある。

本発明は、特定の樹脂組成物で形成した多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチングすることによりその表面にカルボキシル基、水酸基等の親水基を導入、親水化し、これによって、水溶液中の固体等を効率良く分離しうる親水化多孔質フィルムを製造するための方法を提供することを目的とする。

(d) 課題を解決するための手段

本発明者らは、上記問題点を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、以下の知見を得た。

しかも、この樹脂組成物を用いて形成したフィルムを一軸又は二軸延伸すると他の熱可塑性樹脂組成物を用いるのに比べて、延伸ムラの極めて少ない多孔質フィルムが得られ、しかも延伸の際に生じた貫通孔箇所のフィルムの亀裂が均一で大きな裂け等がなく、更にフィルムにおける貫通孔箇所の分子の不均一な配向が極めて少なく機械的強度が大で、曲げ強度や引張強度更に引き裂き力が高く、通気性袋や加圧用濾過膜として用いても使用時に破裂を生じることがなく、信頼性が高いとの知見も得た。

従って、上記の多孔質フィルムを用い、この表面をコロナ放電処理、大気処理を施した場合、スパークにより大きな孔があいて物質分離精度に問題が生じたり、熱収縮を生じ易いなどの問題があるが、この多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチングすると、当該多孔質フィルムにカルボキシル基、水酸基等の親水基が導入されて親水化され、このため、水溶液中の固体等を効率良く分離しうるとの知見を得、本発明を完成するに至っ

即ち、上述の如く多孔質フィルムを得る場合において、機械的強度が大で、延伸後の延伸ムラが少なく、しかも延伸の際に分子の配向が比較的均一であって、引き裂き力等の機械的強度が良好な樹脂成分は何かについて検討を重ねたところ、線状低密度ポリエチレン樹脂は結晶度が高く機械的強度が高い上、これを樹脂成分として用いて形成したフィルムを一軸又は二軸延伸すると他の熱可塑性樹脂を用いるのに比べて、延伸ムラの極めて少ない多孔質フィルムが得られるとの知見を得た。

又、本発明者らの実験結果によると、充填剤と樹脂組成物とのなじみを改善するには、樹脂成分に配合される軟化剤が極めて重要な因子になり、該軟化剤の選択が極めて重要であることが判明した。

そこで、本発明者らは、種々の軟化剤を用いて更に検討を繰り返した結果、線状低密度ポリエチレン樹脂にオレフィンターポリマーを混合した樹脂組成物は充填剤とのなじみが最も良好であり、

たものである。

即ち、本発明の親水化多孔質フィルムの製造方法は、線状低密度ポリエチレン樹脂と充填剤及びオレフィンターポリマーを必須成分とする樹脂組成物により樹脂製フィルムを製造し、次いで、この樹脂製フィルムを延伸して多孔質フィルムを形成し、該多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチング処理すること特徴とするものである。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明においては、先ず、線状低密度ポリエチレン樹脂に充填剤とオレフィンターポリマーを必須成分とする樹脂組成物を形成する工程Aを実施する。

この工程Aにおいて、線状低密度ポリエチレン樹脂(A)と充填剤(B)及びオレフィンターポリマー(C)を必須成分とする樹脂組成物を形成するにあたり、この(A)と(B)の配合割合は、(A)100重量部に対し(B)が100～300重量部、好ましくは150～250重量部の範囲とするのが望ましく、(B)が100重量部未満と少なすぎる

と得られたフィルムの強度が低下したり、通気度や透湿度が低下する場合があります、一方、上記(B)が300重量部を超えると混練性や成形性が悪くなりフィルム強度も低下するからである。

又、上記樹脂組成物において、オレフィンターポリマー(C)を添加するのは、充填剤の混練性、分散性を一層向上させたり、成形・加工性を一層向上させたり、上記の(A)と(B)のなじみを改善して機械的強度の極めて優れた多孔質フィルムを得るためである。

この場合、上記の(A)と(C)の配合割合は、(A)100重量部に対し、(C)が5~95重量部、好ましくは30~70重量部の範囲とするのが望ましく、かかる配合割合の樹脂組成物からなる多孔質フィルムは、機械的強度が一層高く、しかも気体や液体の透過性が一層優れるのである。

本発明では、このように線状低密度ポリエチレン樹脂と充填剤及びオレフィンターポリマーを必須成分とする樹脂組成物を用いると、延伸ムラの極めて少ない多孔質フィルムが得られ、しかも、

オクテン等が挙げられる。

又、上記充填剤としては炭酸カルシウム、タルク、クレー、カオリン、シリカ、硫酸バリウム、硫酸カオリン、水酸化アルミニウム、酸化亜鉛、酸化カルシウム、酸化チタン、アルミナ、マイカ等が挙げられる。

この充填剤の平均粒径は30 μ m以下のものが用いられ、好ましくは0.1~10 μ mの範囲のものが望ましい。

粒径が大き過ぎると貫通孔が大きくなり、逆に小さ過ぎると凝集が起こり分散性が劣るから好ましくない。

上記オレフィンターポリマーとしては、数平均分子量が30,000~800,000のゴム状物質であれば、特に限定されるものではなく、具体的な代表例としては、エチレン、 α -オレフィンおよび非共役二重結合を有する環状または非環状からなる共重合体(以下EPDMという)が用いられる。

上記EPDMはエチレン、プロピレンもしくは

かくして得られた多孔質フィルムは硬度が高く、曲げ強度や引張強度更に引き裂き力が高く、従って、この得た多孔質フィルムを、例えば通気性袋や加圧用濾過膜として用いても使用時に破裂を生じることがなく、信頼性の高いものが得られる上、多孔質フィルムの生産・加工性に優れた生産コストが安価であり、しかも、得られた多孔質フィルムの強度が大きく、単層で通気性袋や加圧用濾過膜として用いることができるのである。

又、線状低密度ポリエチレン樹脂、充填剤及びオレフィンターポリマー等の混合には特殊な装置や技術を要するものではなく、公知の混合機が用いられるが、これらの素材を均一に混合して得た樹脂組成物のフィルム化を向上させるために、ミキシングロール、バンパリーミキサー、二軸型混練機、ヘンシェルミキサー等の混合機を用いるのが望ましい。

本発明に用いられる線状低密度ポリエチレン樹脂はエチレンと α -オレフィンとの共重合体であり、 α -オレフィンとしては、ブテン、ヘキセン、

ブテン-1および以下に列挙するポリエンモノマーからなるターポリマーであり、該ポリエンモノマーとしては、ジシクロペンタジエン、1,5-シクロオクタジエン、1,1-シクロオクタジエン、1,6-シクロドデカジエン、1,7-シクロドデカジエン、1,5,9-シクロドデカトリエン、1,4-シクロヘプタジエン、1,4-シクロヘキサジエン、1,6-ヘプタジエン、ノルボルナジエン、ノチレンノルボルネン、2-ノチルペンタジエン-1,4、1,5-ヘキサジエン、ノチルテトラヒドロインデン、1,4-ヘキサジエンなどである。各モノマーの共重合割合は好ましくはエチレンが30ないし80モル%、ポリエンが0.1ないし20モル%で、残りが α -オレフィンとなるようなターポリマーでムーニー粘度 $M_L(100^\circ C)$ 1ないし60のものがよい。

本発明においては、上記樹脂組成物に、他の軟化剤(D)をオレフィンターポリマー(C)100重量部に対し25重量部以下の範囲で添加してもよく、該(D)の添加量が25重量部を超えると多孔

質フィルムの強度が悪くなるから好ましくない。

上記軟化剤としては、数平均分子量が1000～30000の軟化剤であれば特に限定されるものではなく、具体的な代表例としては、低粘度軟化剤として石油系プロセスオイル、流動パラフィン、脂肪族系油、低分子量可塑剤があり、比較的高粘度軟化剤として、ポリブテン、低分子量ポリイソブチレン、液状ゴムなどの軟化剤が好適に用いられる。

又、上記の樹脂組成物には、通常用いられる酸化防止剤、紫外線安定剤、帯電防止剤、顔料、滑剤、蛍光剤等を添加して成るものでもよいのである。

本発明においては、次に、上記工程Aで得られた樹脂組成物で樹脂製フィルムを製造する工程Bを実施する。

この樹脂製フィルムの製造には通常のフィルムの製造装置および製造方法を用いればよく、インフレーション成形機、Tダイ成形機などが好適に用いられるのである。

$$\text{延伸率 (\%)} = \frac{\text{延伸後の寸法} - \text{延伸前の寸法}}{\text{延伸前の寸法}} \times 100$$

この場合、多孔質フィルムを製造するにあたり、樹脂組成物を溶融成形して得られたフィルムを延伸により直接多孔質フィルムを形成したり或いは延伸により多孔質フィルムを得、次いで、これを更に、酸、アルカリ又は水で充填剤を溶出して形成してもよいのである。

本発明においては、最後に、上記工程Cで得られた多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチング処理する工程Dを実施する。

この工程Dにより、上記工程Cで得られた多孔質フィルムにカルボキシル基、水酸基等の親水基が導入されて当該フィルムが親水化され、このため、水溶液中の固体等を効率良く分離しうるのである。

この工程Dでのスパッタエッチング処理はすでに公知の方法で行うことができるが、このスパッタエッチングの処理条件を具体的に説明すると、次の通りである。

本発明においては、次に、上記工程Bで得られた樹脂製フィルムを一軸又は二軸に延伸して多孔質フィルムを形成する工程Cを実施する。

この工程Cでは樹脂製フィルムが一軸又は二軸に延伸されて多孔質フィルムが形成されるが、この延伸の方法も通常の延伸装置を用いて常法で行えばよく、例えばロール延伸、同時二軸延伸、逐次二軸延伸等が採用される。

そして、この延伸処理において、一軸延伸の場合にはその延伸率が100～400%、二軸延伸の場合にはその延伸率が10～300%とするのが、多孔質フィルムの強度や貫通孔の大きさ、つまり気体や液体の透過性等の観点より、好ましいのである。特に、一軸延伸の場合、延伸率が、100%未満では延伸された部分と未延伸部が混在して延伸が不均一となり、一方、400%を超えると延伸中破断する場合があるから好ましくない。

なお、本発明において、延伸率とは、下記式により求めた値である。

スパッタエッチング処理は通常、常温で0.005～0.5 Torrの雰囲気圧、好ましくは0.05～0.2 Torrの雰囲気圧にて行なわれる。雰囲気圧が、0.005 Torr未満であると放電が継続して行なわれず、また、0.5 Torrを超えるとスパッタエッチング速度が著しく低下すると共に、放電が不安定となって、特に連続的にスパッタエッチング処理を行う場合に均質な処理表面を得ることができないから好ましくない。

又、放電処理量、すなわち放電電力(μ/cm^2)と処理時間(秒)の積は、0.001～1 $\mu\text{秒}/\text{cm}^2$ 、好ましくは0.01～0.8 $\mu\text{秒}/\text{cm}^2$ の範囲が好ましい。この場合、明らかに処理電力密度が小さくなる程、処理時間を長くする必要があるが、実用的には処理電力密度を大きくして、処理時間を短くするのが望ましい。

電源としては数百kHz乃至数十MHzの高周波電源を用いることができるが、実用上は13.56 MHzの工業用周波数を用いるのが便利である。必要な電極間距離は雰囲気圧をpとす

るとき $1/\rho$ に比例し、例えば ρ が 0.005 Torr のときは電極間距離は 30 mm 以上とすることが必要であり、普通 40 mm 程度に調整される。また、陰極用電極とシールド用電極との間には、両電極間に放電が生じないように間隔が設けられるが、例えば雰囲気圧が 0.005 Torr の場合、間隔は通常 4 mm 程度である。

スパッタエッチング処理する際の雰囲気ガスは実用上はアルゴン、窒素等の不活性ガス、空気、炭酸ガス、水蒸気を用いられる。

(c) 作用

本発明の親水化多孔質フィルムの製造方法は、上記構成を有し、線状低密度ポリエチレン樹脂と充填剤及びオレフィンターポリマーを必須成分とする樹脂組成物を形成し、かくして得られた樹脂組成物を用いると、曲げ強度や引張強度更に引き裂き力が高く、優れた多孔質フィルムが得られる理由は明確ではないが、この線状低密度ポリエチレン樹脂は結品度が高くて機械的強度が高い上、この樹脂組成物で形成したフィルムを一軸又は二

軸になる作用を有するのである。

(f) 実施例

以下、本発明を実施例に基づき詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例 1

線状低密度ポリエチレン樹脂 (MI 2.0、密度 0.93) 100 重量部、充填剤として炭酸カルシウム (平均粒径 $2\mu\text{m}$ 、脂肪酸処理) 200 重量部、オレフィンターポリマーとして EPDM (商標名、EPT9720、三井石油化学製) 40 重量部を二軸混練機 (TEM-50、東芝機械社(製)) により充分に混練して得た樹脂組成物を常法により造粒する (工程 A)。

この樹脂組成物を溶融して 65ϕ のインフレーション押出し機によりフィルム化して、厚さ μm の樹脂製フィルムを製造した (工程 B)。

かくして得られた樹脂製フィルムをロール延伸機により一軸延伸 (延伸率 200%) し、これによって、多孔質フィルムを得た (工程 C)。

この場合、延伸条件としては延伸温度 60℃、

軸延伸すると他の熱可塑性樹脂組成物を用いるのに比べて、延伸ムラの極めて少ない多孔質フィルムが得られるのであり、しかも、この延伸の際に、オレフィンターポリマーが線状低密度ポリエチレン樹脂と充填剤とのなじみを良好にし、このため延伸により生じた貫通孔箇所のフィルムの亀裂やフィルムにおける貫通孔箇所の分子の不揃いな配向が、他の熱可塑性樹脂を用いる場合に比べて極めて少なく、従って、曲げ強度や引張強度更に引き裂き力が高くなって使用時に破裂を生じることがないためと解される。このため、多孔質フィルムの通気性及び透湿性が極めて優れると共に単層で通気性袋や加圧用濾過膜として用いることができる作用を有するのである。

又、本発明の方法では疎水性の樹脂組成物で形成した多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチングすることによりその表面にカルボキシル基、水酸基等の親水基を導入、親水化し、これによって、水溶液中の固体等を効率良く分離しうるのであり、また、界面活性剤を用いないので信頼性が

延伸速度 $6\text{m}/\text{min}$ 、延伸率は、ロールの速度比を変えることにより調節した。

得られた多孔質フィルムには延伸ムラもなく、多孔質化されたフィルムであった。

そして、最後に、かくして得られた多孔質フィルムを 0.1 Torr のナフ素ガス雰囲気中で放電処理量が $0.1\text{m}^2/\text{cm}^2$ の処理を施して親水化多孔質フィルムを得た。

この親水化多孔質フィルムを水に浸漬すると水を吸水し親水化処理がなされていることが認められた。

又、透水量を該膜状物の片側より、 $0.7\text{kg}/\text{cm}^2$ の水压を加えて透水量を測定した結果 $2.0\text{ml}/\text{cm}^2 \cdot \text{分}$ であった。

実施例 2～4

第 1 表に示すようにスパッタ処理条件を変えた以外は実施例 1 と同様にして形成したものを用いた。

その結果を第 1 表に示す。

比較例 1

実施例1と同様にして多孔質フィルムを得、この多孔質フィルムに電圧3KV、電流1mAの処理条件で、多孔質フィルムの処理速度5μ/分の条件下でコロナ放電処理をしたところ、放電の熱により多孔質フィルムが部分的に収縮して孔が縮小して透水量が減少する部位と、逆に部分的に孔が大きくなって透水量が増大する部位があり、信頼性に欠ける結果となった。

又、その処理効果が経時変化で低下することが認められた。

このフィルムの透水量を実施例1と同様の条件下で測定した結果、1~8μl/cm²・分であり、バラツキが大きく信頼性に欠けることが認められた。

比較例2

実施例1において工程A~工程Cを経て得られた多孔質フィルム、つまり全くスパッタエッチングをしていないものを用いた。

このフィルムの透水量を実施例1と同様の条件下で測定した結果、0.2μl/cm²・分であり、

透水量が極めて低いことが認められる。

比較例3

実施例1において工程A~工程Cを経て得られた多孔質フィルムを用い、第1表に示す条件で、且つスパッタ処理量が1.5W・sec/cm²となる条件で形成したものを用いた。

この条件下では放電による熱収縮が起こりコロナ放電処理と同様に部分的に孔が大きくなり信頼性に欠けることが認められた。

(以下余白)

第1表

	スパッタ処理 (0.1Torr)		透水量 (μl/cm ² ・分)	放電処理量 (W・sec/cm ²)
	放電電力 (W/cm ²)	処理時間 (sec)		
実施例1	0.1	1	2.0	0.1
実施例2	0.5	1	2.0	0.5
実施例3	0.3	0.5	2.2	0.15
実施例4	0.1	0.5	0.6	0.05
比較例1	コロナ放電処理		収縮を起こす 孔径大の孔があく	--
比較例2	処理なし		0.2	--
比較例3	0.5	3	収縮を起こす 孔径大の孔があく	1.5

(4) 発明の効果

本発明の親水化多孔質フィルムの製造方法は、線状低密度ポリエチレン樹脂と充填剤及びオレフィンターポリマーを必須成分とする樹脂組成物により樹脂製フィルムを製造し、次いで、この樹脂製フィルムを延伸して多孔質フィルムを形成し、該多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチング処理するものであり、この方法で得られた親水化多孔質フィルムはその曲げ強度や引張強度更に引き裂き力が高いのであり、しかも、このように機械的強度が高いので、熱処理部を全く形成する必要がなく、このため、多孔質フィルムの通気性及び透湿性が極めて高いのであり、この結果、この多孔質フィルムを単層で、例えば通気性袋や加圧用透過膜として用いても使用時に破裂を生じることがなく、信頼性が高くなる効果を有するのである。

又、本発明の方法では、特殊な技術や装置を用いることなく、疎水性の樹脂組成物で形成した多孔質フィルムの表面を高周波スパッタエッチング

することにより当該多孔質フィルムが親水化し、
これによって、水溶液中の固体等を効率良く分離
しうる信頼性の高い親水化多孔質フィルムが容易
に得られる効果を有するのである。

特許出願人 日東電気工業株式会社

代理人 弁護士 澤 喜代治



第1頁の続き

⑤Int. Cl. ³	識別記号	庁内整理番号
C 08 J 7:00	3 0 7	8720-4F
9/36	C E S	8517-4F
// B 29 C 55/28		7446-4F
B 29 K 105:04		
B 29 L 7:00		4F
C 08 L 23:04		
23:16		

⑦発明者 大 根 達 彦	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電気工業株式会 社内
⑦発明者 永 海 洋	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電気工業株式会 社内